

日 本 国 特 許 庁  
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日            2 0 0 2 年    9 月 1 3 日  
Date of Application:

出 願 番 号            特 願 2 0 0 2 - 2 6 8 5 9 8  
Application Number:

[ST. 10/C] :            [ J P 2 0 0 2 - 2 6 8 5 9 8 ]

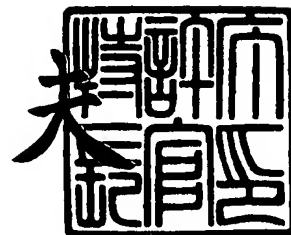
出 願 人            古河電気工業株式会社  
Applicant(s):

CERTIFIED COPY OF  
PRIORITY DOCUMENT

2 0 0 3 年    7 月 1 1 日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

今 井 康 夫



【書類名】 特許願

【整理番号】 A20319

【提出日】 平成14年 9月13日

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 G02B 6/18

【発明者】

    【住所又は居所】 東京都千代田区丸の内 2 丁目 6 番 1 号 古河電気工業株式会社内

    【氏名】 桑原 正英

【発明者】

    【住所又は居所】 東京都千代田区丸の内 2 丁目 6 番 1 号 古河電気工業株式会社内

    【氏名】 高橋 文雄

【発明者】

    【住所又は居所】 東京都千代田区丸の内 2 丁目 6 番 1 号 古河電気工業株式会社内

    【氏名】 石田 禎則

【発明者】

    【住所又は居所】 東京都千代田区丸の内 2 丁目 6 番 1 号 古河電気工業株式会社内

    【氏名】 森平 英也

【特許出願人】

    【識別番号】 000005290

    【氏名又は名称】 古河電気工業株式会社

【代理人】

    【識別番号】 100090022

    【弁理士】

    【氏名又は名称】 長門 侃二

    【電話番号】 03-3459-7521

## 【選任した代理人】

【識別番号】 100116447

【弁理士】

【氏名又は名称】 山中 純一

【電話番号】 03-3459-7521

## 【手数料の表示】

【予納台帳番号】 007537

【納付金額】 21,000円

## 【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 光ファイバの製造方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 線引き後の光ファイバに重水素処理を行う工程を含む光ファイバの製造方法において、重水素処理前における前記光ファイバの、波長 1 3 8 5 nm における伝送損失と波長 1 4 2 0 nm における伝送損失との差と、

重水素処理後における前記光ファイバの、波長 1 3 8 5 nm における伝送損失と波長 1 4 2 0 nm における伝送損失との差との違いが 0 . 0 1 dB / km 以上になった時点をもつことを特徴とする光ファイバの製造方法。

【請求項 2】 前記重水素処理の開始時点から前記伝送損失の測定時点までに、前記光ファイバを温度 2 5 ℃で 4 8 時間以上の間隔をあける請求項 1 の光ファイバの製造方法。

【請求項 3】 光ファイバの検査条長が 1 0 km 以上であり、2 2 m におけるカットオフ波長が 1 3 0 0 nm 以下になる、請求項 1 の光ファイバの製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0 0 0 1】

【発明の属する技術分野】

本発明は光ファイバの製造方法に関する。

【0 0 0 2】

【従来の技術】

情報化社会の発展により、通信情報量は飛躍的に増大する傾向にあり、そのことに伴って、光ファイバを用いた光伝送方式では伝送容量を増大させるための研究が行われている。

ところで、光ファイバの伝送損失は、一般に、波長 1 5 5 0 nm 付近で最も小さくなる。したがって、損失との関係では、用いる光ファイバは波長 1 5 5 0 nm 帯域で光伝送が可能であるものが好ましいことになる。

【0 0 0 3】

このような要求に応える光ファイバとして、波長 1 5 5 0 nm 付近に零分散波長を有する分散シフトファイバ (D S F) が開発された。この D S F の開発により

、波長 1 5 5 0 nm 帯域において伝送損失が数 Gbps の光伝送が可能になった。

また、最近では、伝送容量の更なる増大を目的として、1 本の光ファイバで複数波長の光信号を伝送する波長分割多重 (WDM) 伝送方式の研究が進められている。そして、この WDM 伝送方式に用いる光ファイバについても多くの研究が行われている。

#### 【 0 0 0 4 】

その場合の光ファイバには、非線形現象の 1 つである四光波混合の発現を防止する観点から、使用波長帯域に零分散波長が存在しないという特性が要求される。そして、この要求に応える光ファイバとして、ノンゼロ分散シフトファイバ (NZDSF) が開発された。この NZDSF の開発により、波長 1 5 3 0 ~ 1 5 6 5 nm の波長領域 (C バンド) における WDM 伝送が可能となり、伝送容量は飛躍的に増大した。

#### 【 0 0 0 5 】

そして、WDM 伝送方式においては、伝送容量を更に増大させるために、波長領域の幅を広げるための試みがなされている。

例えば、米国特許第 6, 2 0 5, 2 6 8 号では次のような光ファイバを用いたシステムが提案されている。すなわち、そこで用いられる光ファイバは、波長 1 3 1 0 nm 付近に零分散波長を有し、1 4 0 0 nm 帯域の分散が 1. 5 ~ 8. 0 ps / nm / km に低減され、波長 1 3 8 5 nm における伝送損失を、波長 1 3 1 0 nm における伝送損失よりも小さく抑えるように設計された光ファイバである。

#### 【 0 0 0 6 】

このシステムによれば、1 4 0 0 nm 帯域に含まれる少なくとも 3 つの波長で、1 0 Gbps 以上の光伝送が可能であるとされている。

また、米国特許第 6, 1 3 1, 4 1 5 号では、光ファイバにおけるコア / クラッド比を 2. 0 ~ 7. 5 とすることにより、オーバークラッド中の OH イオンが線引きの過程でコア内に拡散することを防止し、もって OH 基吸収の低減した光ファイバが提案されている。このような光ファイバを使用することにより、1 4 0 0 nm 帯域においても実用的な WDM 伝送が可能となりつつある。

#### 【 0 0 0 7 】

しかしながら、このような光ファイバのメトロポリタン系における商用を考え  
た場合、当該光ファイバには更に次のような要件が求められている。

第1の要件は、メトロポリタン系では既にシングルモード光ファイバが敷設さ  
れているので、これら既設の光ファイバと整合性がとれていることである。この  
ようなことから、モードフィールド径（MFD）、クラッド径、比屈折率差など  
のファイバパラメータや、光伝送損失、分散特性、カットオフ波長などの伝送特  
性や、曲げ、側圧に対する機械特性が既設の標準シングルモード光ファイバと同  
一となるように設計することが望ましくなる。

#### 【0 0 0 8】

第2の要件は次のことである。一般に光ファイバはケーブル化され、それが地  
下の管路内に敷設されているのであるが、その場合、メトロポリタン系では15  
0 km±100 kmのシステムが多くみられ、そして、1300 nm帯域から1600  
nm帯域までを有効利用する動向が進みつつある。したがって、そのようなシステ  
ムに対処するために、光ファイバの伝送損失は小さいことが必要になることであ  
る。

#### 【0 0 0 9】

しかしながら、光ファイバには次に述べる特有の問題が発生する。

線引き後の光ファイバには何らかの構造欠陥が発生している。そしてこの光フ  
ァイバを実使用した場合、当該光ファイバの被覆などから発生するH<sub>2</sub>が光ファ  
イバ内に拡散して、前記構造欠陥と相互反応してOH基を生成することがある。  
したがって、仮に製造時にはOH基は存在しなくても、実使用時に新たにOH基  
が発生し、当該光ファイバに吸収損失の生ずることがある。

#### 【0 0 1 0】

このようなOH基やH<sub>2</sub>による吸収損失の発生という問題は、光ファイバで長  
い伝送路を構築する場合、伝送損失の増大を招くので、是非とも解決しなければ  
ならない問題としてある。

このような問題に対して、前記した米国特許第6,131,415号では、コア  
／クラッド比を調整することにより、ガラス中のOH濃度を低減させて光ファイ  
バの吸収損失を小さくしている。

## 【0011】

また、特公平4-4988号公報においては、ガラス中の残留OH基をOD基(Dは重水素)で置換することにより、光の吸収波長を1550nm帯域よりも長波長側に移動させた光ファイバが提案されている。しかしながら、この方法は、実際問題として、残留OH基をOD基に置換させるために、長時間または高温下での処理が必要であり、経済的な実用性に欠けている。

## 【0012】

そして、特開2000-187733号公報においては、次のような方法が開示されている。

この方法は、線引き後の光ファイバを、その実使用に先立ち、重水素(D<sub>2</sub>)雰囲気暴露することにより、線引き後の構造欠陥が使用環境中のH<sub>2</sub>との間でOH基を生成する以前の段階で、当該構造欠陥にOD基を生成させる方法である。このことにより、光ファイバの構造欠陥と使用環境中のH<sub>2</sub>との相互反応は起こらなくなり、新たにOH基が生成するということは起こらなくなる。

## 【0013】

## 【特許文献1】

特開2000-187733号公報

## 【0014】

この先行技術の開発により、波長1240nmにおけるH<sub>2</sub>分子に基づく光吸収や、波長1400nm帯域におけるOH基に基づく光吸収は抑制されるようになってきた。

## 【0015】

## 【発明が解決しようとする課題】

ところで、線引き後の光ファイバを重水素(D<sub>2</sub>)雰囲気暴露すると、D<sub>2</sub>分子はガラスの中に拡散する。そして、ガラス中の構造欠陥との相互反応で生成したOD基による吸収損失が、1550nm帯域よりも長波長側で発生する。同時に、遊離のD<sub>2</sub>分子それ自体による吸収損失が波長1420nm付近に発生する。そして、このD<sub>2</sub>分子による吸収損失は小さいとはいえ、見掛け上、光ファイバの伝送損失を増大させることになる。

## 【0016】

このことは次のような問題を引き起こす。

まず、前記したように、OH基吸収は1400nm帯域で発生する。したがって、重水素処理（以後、D<sub>2</sub>処理という）を行うことにより1400nm帯域におけるOH基吸収は解消したはずであるにもかかわらず、現実には、D<sub>2</sub>処理後の光ファイバには上記した伝送損失の増大が観察されるのであるから、観察者は、この光ファイバにはOH基が存在していると判断することがある。

## 【0017】

その結果として、極めて高価なD<sub>2</sub>を用いて更なるD<sub>2</sub>処理を継続することがある。

このことは、実際にはD<sub>2</sub>処理によって構造欠陥には全てOD基が生成している、すなわち、D<sub>2</sub>処理の本来の目的は既に達成されているにもかかわらず、上記したD<sub>2</sub>分子の吸収損失に基づく伝送損失の増大という現象を、OH基が存在していることによるOH基吸収に基づくものと誤認していることである。それは、とりもなおさず、D<sub>2</sub>処理の適正な終了時点を決める基準が確立していないからである。

## 【0018】

本発明は上記した問題を解決し、D<sub>2</sub>処理後のD<sub>2</sub>分子による光吸収挙動に関する新たな知見に基づき、D<sub>2</sub>処理の適正な終了時点を決めた光ファイバの製造方法の提供を目的とする。

## 【0019】

## 【課題を解決するための手段】

上記した目的を達成するために、本発明においては、

線引き後の光ファイバに重水素処理を行う工程を含む光ファイバの製造方法において、重水素処理前における前記光ファイバの、波長1385nmにおける伝送損失と波長1420nmにおける伝送損失との差と、

重水素処理後における前記光ファイバの、波長1385nmにおける伝送損失と波長1420nmにおける伝送損失との差との違いが0.01dB/km以上になった時点をもつことを特徴とする光ファイバの製造方法が提供される。



**【0 0 2 0】**

具体的には、前記重水素処理の開始時点から前記伝送損失の測定時点までに、前記光ファイバを温度 2 5℃で 4 8 時間以上の間隔をあける光ファイバの製造方法が提供される。

なお、以後の説明において、「1 4 0 0 nm 帯域」とは、波長 1 3 3 5 ～ 1 4 3 5 nm における任意の 1 点を指し、「1 5 5 0 nm 帯域」とは、波長 1 5 0 0 ～ 1 6 0 0 nm における任意の 1 点を指す。また、D<sub>2</sub>処理とは、大気中の濃度より高濃度の D<sub>2</sub> 雰囲気中に光ファイバを曝露することをいう。

**【0 0 2 1】**

更に、以後の説明で特別に定義しない用語は、ITU-T G. 6 5 0 で規定する用語とする。

**【0 0 2 2】****【発明の実施の形態】**

常法により製造された光ファイバ母材を線引きして得られた光ファイバの伝送損失スペクトル図の 1 例を図 1 に示す。

このスペクトル図で、波長 1 3 8 0 nm 付近に現出しているピークは、OH 基に起因する伝送損失であり、この光ファイバは、1 4 0 0 nm 帯域と 1 5 5 0 nm 帯域の双方で光伝送が可能な状態になっている。

**【0 0 2 3】**

そして、上記した光ファイバに D<sub>2</sub> 処理を行い、D<sub>2</sub> 処理開始から 7 2 時間経過後における処理光ファイバの伝送損失スペクトル図を図 2 に示す。

なお、D<sub>2</sub> 処理は、密閉容器の中に処理対象の光ファイバを収納し、容器内には所定濃度の D<sub>2</sub> を含む例えば N<sub>2</sub> を封入したのち、所望する時間そのままの状態 で放置するという態様で実施される。

**【0 0 2 4】**

図 2 から明らかなように、波長 1 4 2 0 nm 付近で新たな伝送損失 (A) が認められ、また波長 1 5 0 0 nm 付近にも新たな伝送損失 (B) が認められる。後者は、D<sub>2</sub> 処理前の光ファイバにおける構造欠陥に OD 基が結合し、当該 OD 基による吸収損失の発生に基づくものである。

そして前者は、光ファイバ内に拡散したD<sub>2</sub>分子それ自体の吸収損失の発生を原因とする損失の増大である。

#### 【0025】

そこで、本発明者らは、D<sub>2</sub>処理を開始してからの波長1420nmにおける伝送損失（A）を経時的に測定し、それぞれの時点における測定値からD<sub>2</sub>処理前の伝送損失を減算して、伝送損失の変化量とD<sub>2</sub>処理時間との関係を調べてみた。その結果を図3に示す。

図3から明らかなように、D<sub>2</sub>処理を開始すると同時に伝送損失は、D<sub>2</sub>処理前の値に対して急激に増大し、処理時間72hrの時点で最大となる。そして、それ以降は時間経過とともに伝送損失（A）は次第に減少していく。

#### 【0026】

この新たな知見から次のことを考察することができる。

（1）D<sub>2</sub>処理開始と同時にD<sub>2</sub>分子は光ファイバの中に飽和状態になるまで拡散しはじめる。そのため、D<sub>2</sub>処理前に比べて、D<sub>2</sub>分子による吸収損失は増大して光ファイバの伝送損失は急激に増大していく。

（2）そして、飽和状態以降では、D<sub>2</sub>の一部は構造欠陥と相互反応して順次OD基として固定されていくので、光ファイバ内のD<sub>2</sub>分子の量は順次減少していき、それに伴って吸収損失も順次減少していく。逆に、OD基の吸収損失による伝送損失は増大していく。

#### 【0027】

（3）そして、構造欠陥の全てがOD基と結合した時点以降にあっては、残余のD<sub>2</sub>分子は反応相手が存在しないので、光ファイバの外部への逃散を開始する。なお、この逃散挙動は、再度、外部からの光ファイバの内部への拡散挙動との平衡関係にあると考えられる。

（4）したがって、D<sub>2</sub>処理からある時間が経過すると、D<sub>2</sub>処理された光ファイバの伝送損失が減少に転じたある時点では、構造欠陥の全ては既にOD基との結合を完了しているので、その時点をもってD<sub>2</sub>処理の終了時点とすることができる。

#### 【0028】

本発明は上記した新たな知見と上記考察に基づいて開発された。

具体的には、D<sub>2</sub>処理前後において、波長 1 3 8 5 nmにおける伝送損失（a dB/kmとする）を測定し、同時に波長 1 4 2 0 nmにおける伝送損失（b dB/kmとする）を測定し、a - b のD<sub>2</sub>処理前後の差が0.004 dB/km以下の値を示す時点をもってD<sub>2</sub>処理の終了時点とした。

#### 【0029】

ここで、波長 1 3 8 5 nmを選択した理由は、この波長がOH基固有の吸収ピークを示す波長であり、またD<sub>2</sub>処理の影響で損失が変化しにくいからであり、波長 1 4 2 0 nmを選択した理由は、この波長の損失変化からD<sub>2</sub>分子がコアに到達したかどうかを確認できるからである。また、a - b 値を0.01 dB/km以下とした理由は、D<sub>2</sub>が確実にコアまで入っていることを確認する必要があるからである。

#### 【0030】

より具体的にいえば、D<sub>2</sub>処理を開始してから、温度 2 5 °Cで48時間以上放置しておくことにより、上記したa - b 値を0.01 dB/km以上にすることができる。

上記した条件を満足する光ファイバは、条長が10 km以上である場合において、22 mでのカットオフ波長が1300 nm以下の光ファイバになっている。

#### 【0031】

なお、D<sub>2</sub>処理後に光ファイバの伝送損失を測定するに際しては、当該光ファイバをD<sub>2</sub>処理時におけるD<sub>2</sub>の最高濃度よりも濃度低下している雰囲気（例えば300時間以上放置してから測定することが好ましい。前記したD<sub>2</sub>分子の逃散⇔拡散の平衡関係が逃散側に崩れてD<sub>2</sub>分子は外部へ逃散していくので、光ファイバ内の遊離D<sub>2</sub>分子による吸収損失は、事実上、消失するからである。

#### 【0032】

##### 【発明の効果】

以上の説明で明らかなように、本発明によれば、D<sub>2</sub>処理の終了時点を適切に決定することができる。そして、1400～1550 nmの幅広い波長領域においてもOH基吸収が抑制され、CWDM伝送に使用可能な光ファイバを製造するこ

とができる。

【0033】

また、 $D_2$ 処理後の光ファイバの伝送損失を測定したときに、その伝送損失は  $D_2$ 分子の吸収損失に基づくものであるのか、それとも曲げ損失のような他の要因に基づくものであるかの判別も可能になる。

【図面の簡単な説明】

【図1】

線引きされ、いまだOH基が存在しない光ファイバの伝送損失スペクトル図の1例である。

【図2】

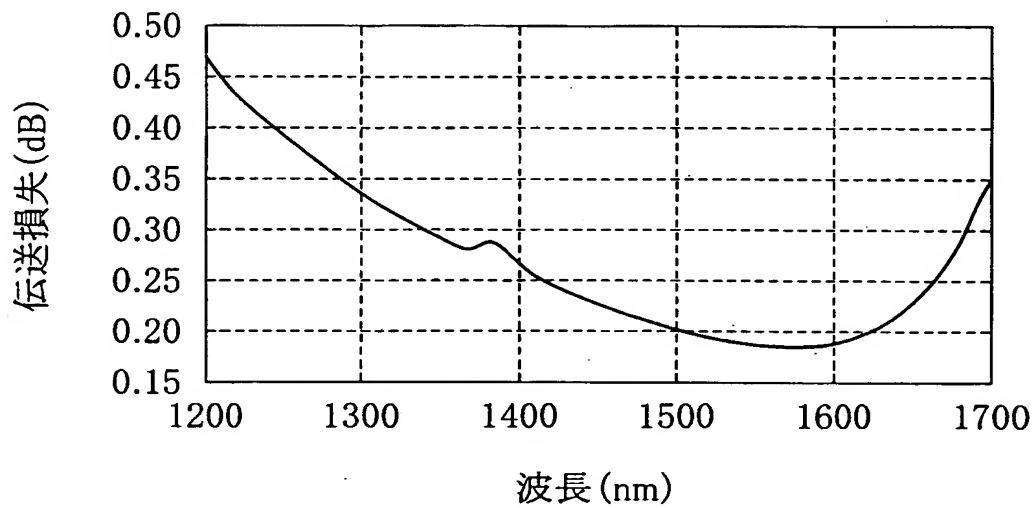
光ファイバに  $D_2$ 処理を行ったときの伝送損失スペクトル図の1例である。

【図3】

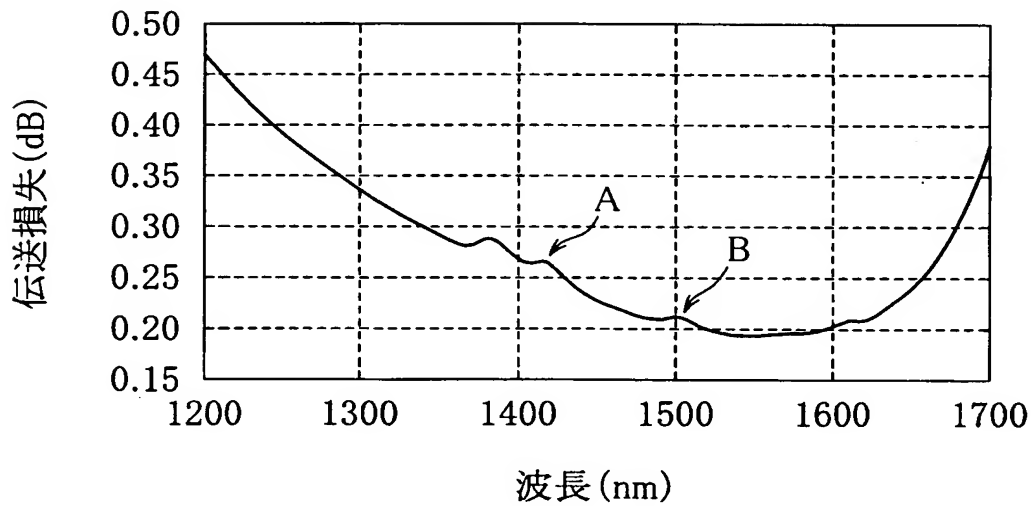
$D_2$ 処理開始後の伝送損失の変化と  $D_2$ 処理時間との関係を示すグラフである。

【書類名】 図面

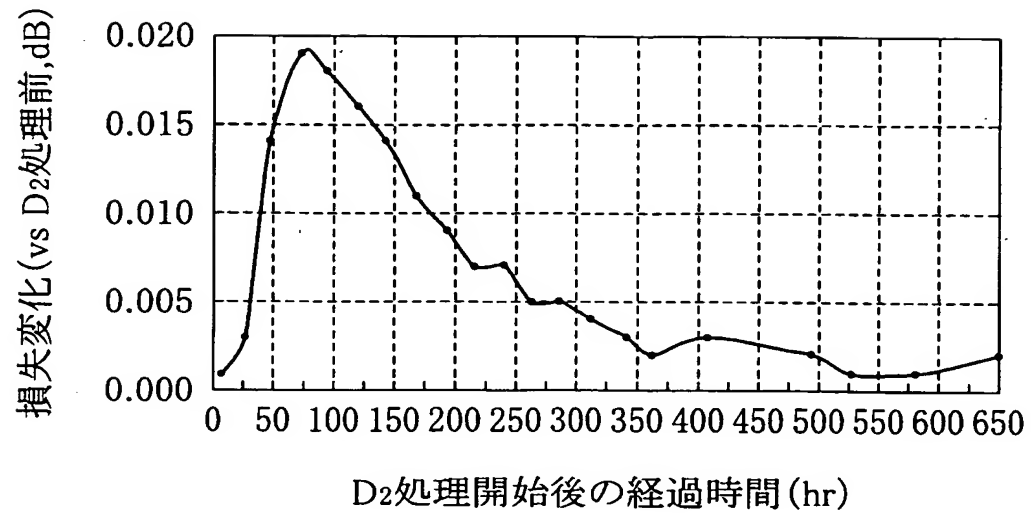
【図 1】



【図 2】



【図 3】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】  $D_2$ 処理の終了時点に適正化した光ファイバの製造方法を提供する。

【解決手段】 線引き後の光ファイバに重水素処理を行う工程を含む光ファイバの製造方法において、重水素処理前における前記光ファイバの、波長 1 3 8 5 nm における伝送損失と波長 1 4 2 0 nm における伝送損失との差と、

重水素処理後における前記光ファイバの、波長 1 3 8 5 nm における伝送損失と波長 1 4 2 0 nm における伝送損失との差との違いが 0.01 dB/km 以上になった時点をもつ光ファイバの製造方法。

【選択図】 なし

特願 2 0 0 2 - 2 6 8 5 9 8

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[ 0 0 0 0 0 5 2 9 0 ]

1. 変更年月日

1 9 9 0 年 8 月 2 9 日

[変更理由]

新規登録

住 所

東京都千代田区丸の内 2 丁目 6 番 1 号

氏 名

古河電気工業株式会社